

УДК 543.423

МЕТОДИКИ ДЛЯ НОВОГО ИСП-АЭС СПЕКТРОМЕТРА С ОДНОВРЕМЕННЫМ ИЗМЕРЕНИЕМ АНАЛИТИЧЕСКИХ ЛИНИЙ НА БАЗЕ ССД ДЕТЕКТОРА

*Д.Тайлер, А.Конье, С.Веласкез, С.Дюбюиссон
Фирма HORIBA Jobin Yvon S.A.S.
16-18 rue du Canal, 91165 Longjumeau, France
agnes.cosnier@jobinyvon.fr*

Поступила в редакцию 25 апреля 2007 г.

Статья показывает ряд разработанных методик анализа с использованием ИСП спектрометра ACTIVA с оптической системой по Черни-Турнеру с двойной голографической решеткой. Благодаря радиальному способу наблюдения плазмы с вертикальным расположением горелки (полное наблюдение аналитической зоны), минимизированы матричные эффекты, в связи с чем не требуется точное воспроизведение матрицы сложного состава.

Ключевые слова: ИСП-АЭС спектрометрия, ПЗС детектор, радиальное наблюдение

**Джефф Тайлер - сотрудник фирмы HORIBA
Jobin Yvon S.A.S.**

**Аньес Конье - сотрудник фирмы HORIBA
Jobin Yvon S.A.S.**

**Себастьян Веласкез - сотрудник фирмы
HORIBA Jobin Yvon S.A.S.**

**Сандрин Дюбюиссон - сотрудник фирмы
HORIBA Jobin Yvon S.A.S.**

Введение

Разработан ряд методик анализа с использованием спектрометра с индуктивно связанной плазмой (ИСП) ACTIVA с оптической системой по Черни-Турнеру с двойной голографической решеткой (4343/2400 штрихов/мм). Высокое спектральное разрешение прибора (<10 пм) постоянно во всем спектральном диапазоне от 160 до 440 нм. Такое разрешение позволяет анализировать редкоземельные элементы и актиноиды со сложным эмиссионным спектром в диапазоне 330-430 нм и может быть рекомендовано для других элементов со сложным спектром. Пределы обнаружения (ПО) для спектрометра ACTIVA представлены в табл. 1.

Анализ объектов окружающей среды

Анализ воды

Количественная методика разработана для анализа сертифицированного образца воды NIST SRM 1640 и занимает время 3 мин 40 с для трех параллельных определений. Радиальный способ

наблюдения применяли с использованием простой градуировки по стандартным образцам от 0 до 5 мг/л в деионизованной воде.

Достигнуты низкие пределы обнаружения LOD, так же, как и пределы квантификации LOQ при хорошей точности анализа.

Таблица 1

Пределы обнаружения (ПО) для спектрометра ACTIVA

Элемент	Длина волны, нм	ПО, ppm	Элемент	Длина волны, нм	ПО, ppm
Ag	328,068	0,8	Mn	257,61	0,06
Al	167,02	0,7	Mo	202,03	0,6
Al	308,215	7	Na	588,995	0,7
Al	309,284	5	Na	589,592	0,7
Al	396,152	2	Ni	221,647	0,5
As	189,042	5	Ni	231,604	0,7
As	193,695	5	P	178,2	9
B	208,959	1,5	P	213,618	6
B	249,678	1	P	214,914	9
B	249,773	0,7	Pb	220,353	2,5
Ba	230,424	0,3	Sb	206,833	4
Ba	455,403	0,06	Sc	361,384	0,05
Ca	393,366	0,02	Se	196,026	4
Cd	228,802	0,3	Si	251,611	1,5
Co	228,802	0,4	Sn	189,989	3
Cr	205,552	0,5	Sr	407,771	0,01
Cr	206,14	0,7	Ti	329,941	0,7
Cr	267,716	0,4	Ti	323,452	0,6
Cu	324,754	0,4	Ti	334,904	0,3
Cu	327,396	0,6	Ti	336,121	0,4
Fe	238,204	0,6	Ti	337,28	0,4
Fe	259,94	0,4	V	327,612	0,7
K	766,784	1	Zn	202,551	0,4
Li	670,784	0,05	Zn	206,2	0,5
Mg	279,553	0,02	Zn	213,856	0,3

Анализ осадка

Анализ стандартного образца осадка был проведен при стандартных условиях (табл. 2).

Хорошие проценты обнаружения (введено-най-

дено) иллюстрируют преимущества радиального способа наблюдения с минимумом спектральных помех, т.е. без влияния Ca, и широким динамическим диапазоном детектора CCD (рис. 1-3).

Таблица 2

Анализ осадка

Высокочастотная мощность	1200 Вт
Расход плазмообразующего газа	12 л/мин
Расход дополнительного газа	0 л/мин
Расход оболочечного (sheath) газа	0,2 л/мин
Распылитель	КЗ со стеклянной циклонической камерой
Анализ	Три параллельных определения
Доверительный интервал СКО	3 σ

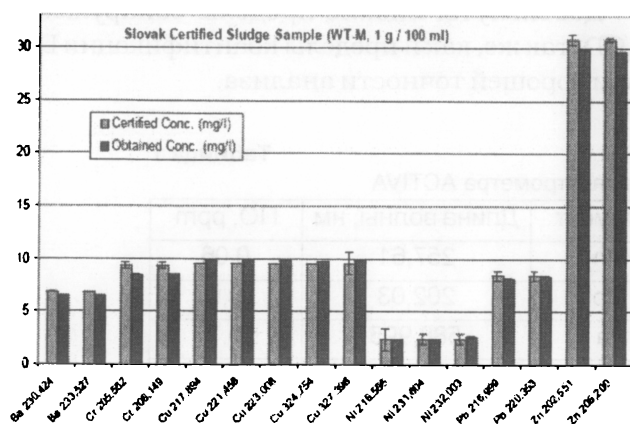


Рис.1. Тест введено-найдено для стандартного образца осадка (Ba, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn)

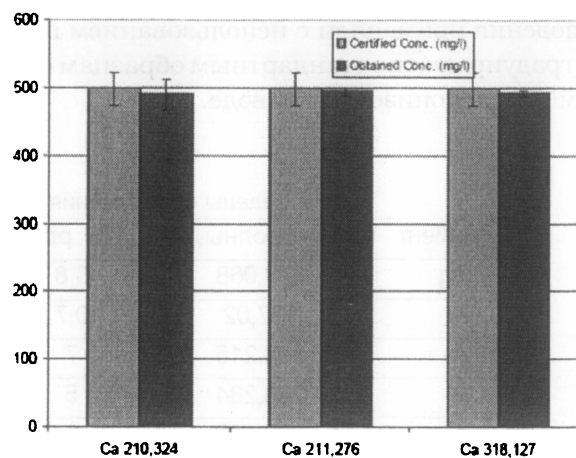


Рис.2. Тест введено-найдено для стандартного образца осадка при определении Ca

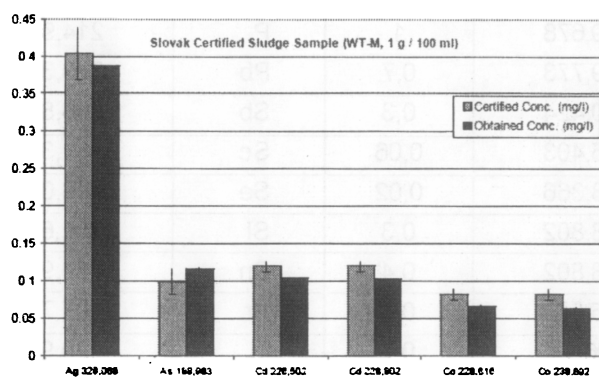


Рис.3. Тест введено-найдено для стандартного образца осадка: Ag, As, Cd и Co

Клинический анализ

Разработан количественный метод анализа волос и говяжьей печени по многим спектральным линиям. Достигнуто прекрасное соответствие с сертифицированными величинами в стандартном образце для различных диапазонов концентрации элементов.

Анализ говяжьей печени

С целью валидации метода использовали стандартный образец говяжьей печени NIST 1577b,

растворенный в 10% HNO_3 (рис. 4–6). Примененные рабочие параметры указаны в табл. 3.

Анализ волос

Анализ проводили с 10 г/л раствора сертифицированного образца волос GBW07601 в 10% HNO_3 при рабочих условиях для говяжьей печени, указанных выше в табл. 2. Градуировку проводили от 0 до 1 мг/л, кроме Ca (50 мг/л) и Mg (5 мг/л), в 10% HNO_3 . Анализ выполняли с тремя параллельными определениями. Доверительный интервал рассчитан для 3-х СКО.

Таблица 3

Анализ говяжьей печени

Высокочастотная мощность	1200 Вт
Расход плазмообразующего газа	12 л/мин
Расход дополнительного газа	0 л/мин
Расход оболочечного (sheath) газа	0,2 л/мин
Распылитель	КЗ со стеклянной циклонической камерой
Градуировка	От 0 до 1 мг/л, кроме Mg (5 мг/л), в 10% HNO_3
Анализ	Три параллельных определения
Доверительный интервал СКО	3 σ

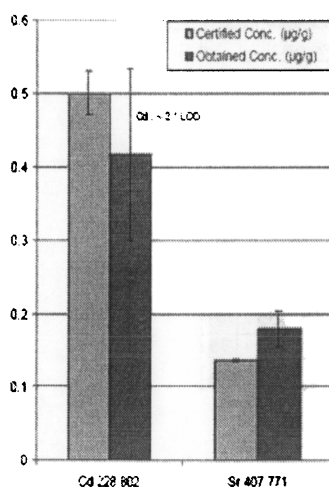


Рис.4. Анализ сертифицированного стандартного образца говяжьей печени: Cd, Sr

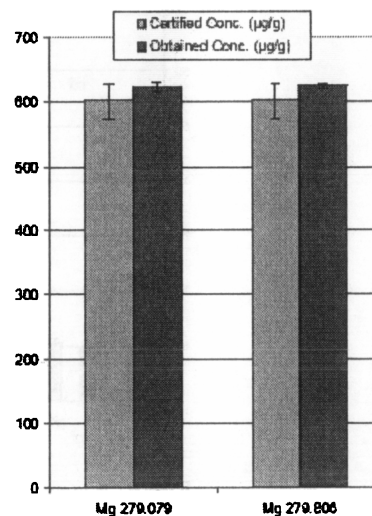


Рис.5. Анализ сертифицированного стандартного образца говяжьей печени: Mg

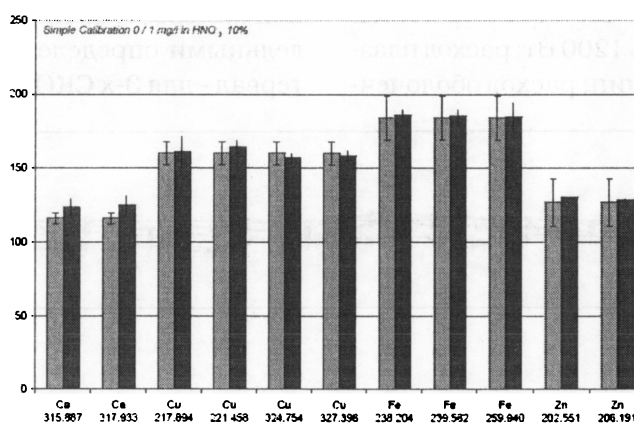


Рис.6. Анализ сертифицированного стандартного образца говяжьей печени: Ca, Cu, Fe и Zn

Точность анализа удовлетворительна для всех элементов, кроме Fe, хотя результаты по всем спектральным линиям железа сходятся (рис. 7–9). Возможно, что сертифицированная величина по Fe неточна. Необходимы дополнительные исследования.

Анализ сплава Al/Si

Достигнута хорошая стабильность в течении 4 час для всех элементов с прекрасной точностью, включая определение высоких содержаний Si в HF (рис. 10–13). Анализ проводили без коррекции по внутреннему стандарту.

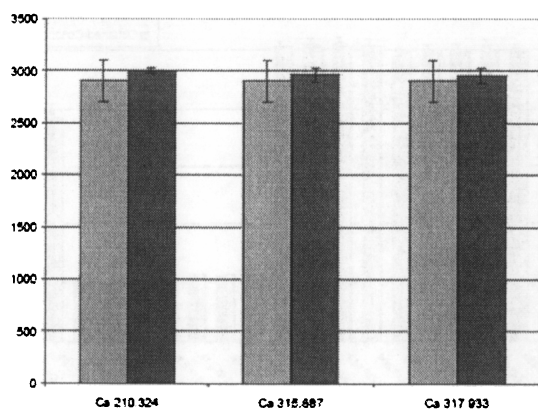


Рис.7. Анализ сертифицированного стандартного образца волос: Ca

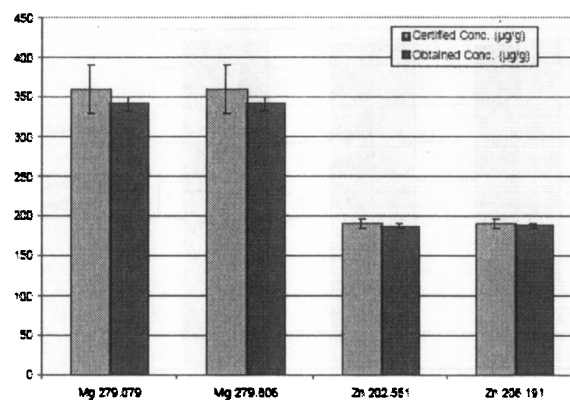


Рис.8. Анализ сертифицированного стандартного образца волос: Mg и Zn

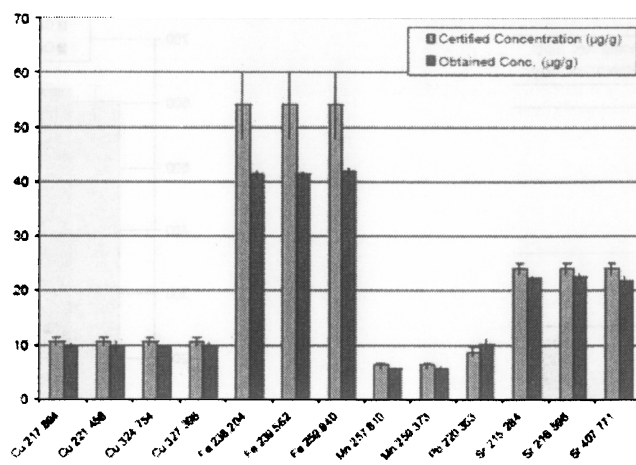


Рис.9. Анализ сертифицированного стандартного образца волос: Cu, Fe, Mn, Pb и Sr

При пробоподготовке 0,1 г образца растворяли в 5 мл HF и 10 мл HNO₃, доводя до метки 100 мл деионированной водой. Рабочие параметры ИСП: высокочастотная мощность 1200 Вт; расход плазмообразующего газа 12 л/мин; расход оболочеч-

ного газа 0,2 л/мин; распылитель - инертный Miramist (3 атм, 0,68 л/мин) с инертной циклонной камерой. Анализ выполняли с тремя параллельными определениями. Доверительный интервал - для 3-х СКО.

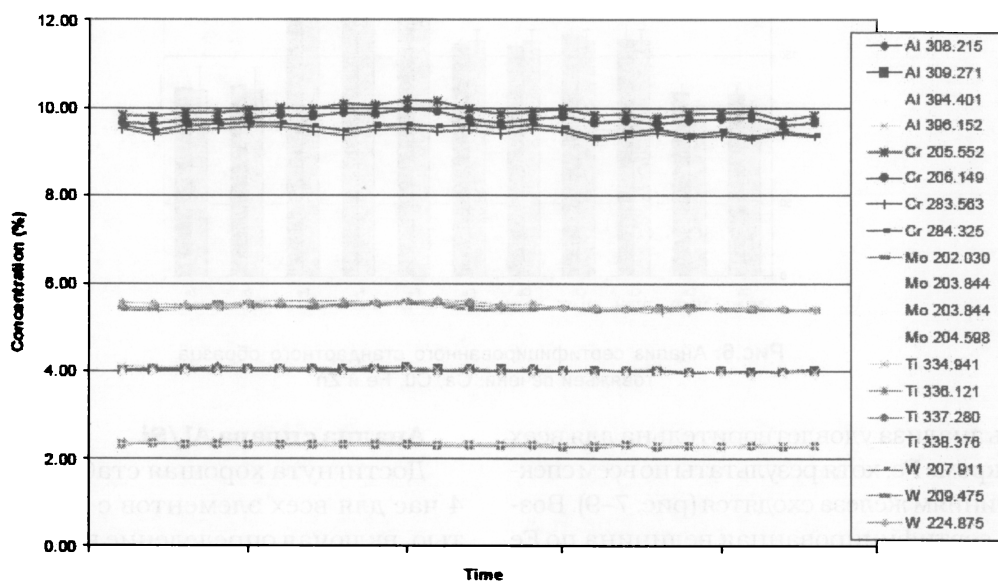


Рис.10. Анализ стандартного образца сплава Al/Si.

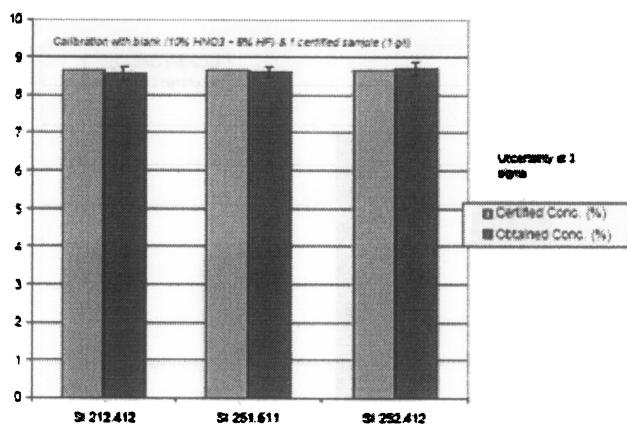


Рис.11. Анализ сплава Al/Si: введено-найденно при определении Si

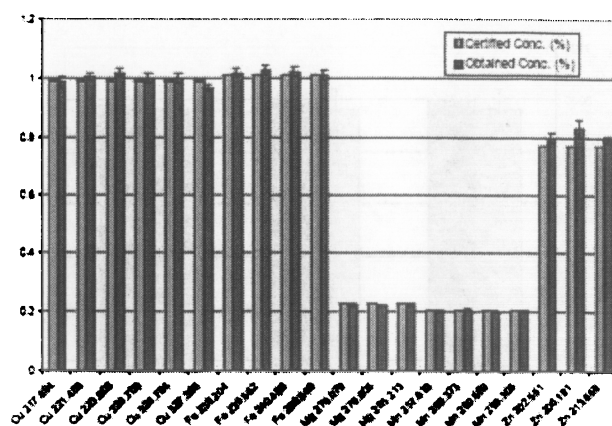


Рис.12. Анализ сплава Al/Si: введено-найденно для разных элементов

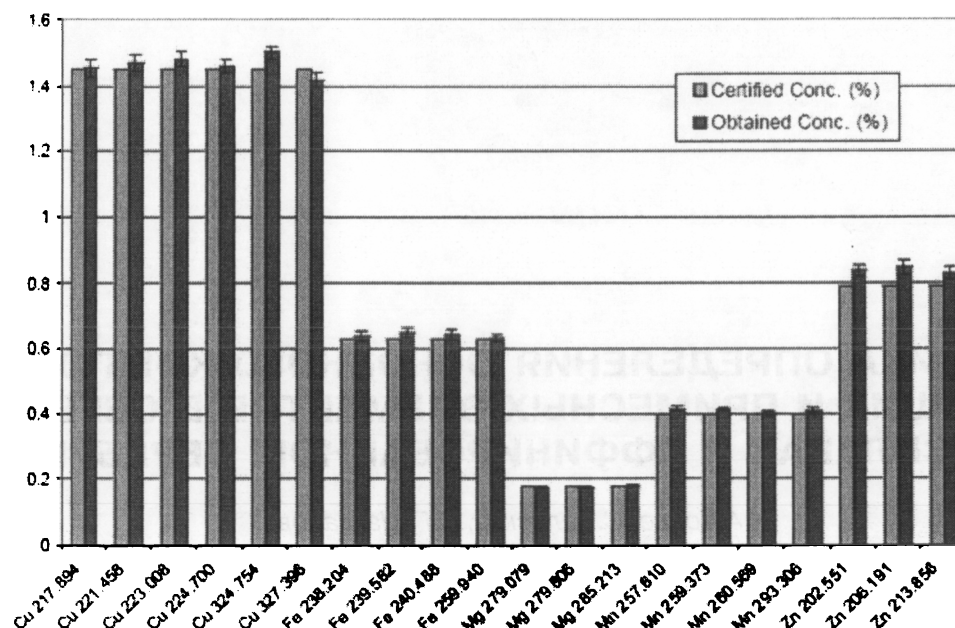


Рис.13. Анализ сплава Al/Si: введено-найдено для разных элементов

Выводы

Новый ИСП-АЭС спектрометр с одновременной регистрацией спектра с помощью детектора ПЗС демонстрирует хорошую точность для различных сертифицированных стандартных образцов, хорошую долговременную стабильность и низкие пределы обнаружения, достигнутые с радиальным способом наблюдения плазмы.

Благодаря радиальному способу наблюдения плазмы с вертикальным расположением горелки (полное наблюдение аналитической зоны), минимизированы матричные эффекты, не требуется точное воспроизведение матрицы сложного состава. Для каждого элемента возможно применение нескольких аналитических линий разной интенсивности.

* * * * *

APPLICATIONS FOR NEW ICP-OES SPECTROMETER WITH THE CCD DETECTOR FOR SIMULTANEOUS MEASUREMENT OF ANALYTICAL LINES

Geoff Tyler, Agnès Cosnier, Sébastien Vélasquez, Cendrine Dubuisson

A number of the developed techniques of the analysis for ICP spectrometer ACTIVA with Cherny-Turner optical system and the double holographic grating is showed. Due to a radial way of supervision of plasma with a vertical arrangement of a torch (full supervision of an analytical zone), matrix effects of complex structure are minimized.

Keywords: ICP-OES spectrometry, CCD detector, radial supervision